

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

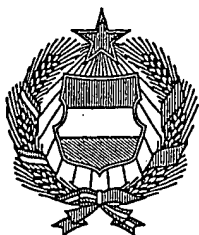
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

LEÍRÁS

SZOLGÁLATI TALÁLMÁNY

Bejelentés napja: 1972. VI. 14.

(HI—327)

Nemzetközi osztályozás:

C 09 k 3/14

Közzététel napja: 1973. VIII. 28.

Megjelent: 1975. X. 31.

Feltalálók:

Farkas Miklós okl. vegyészmérnök, 25%,
Fikár Endréné vegyésztechnikus, 25%,
Rózsa Pálné okl. vegyész, 25%,
Zoltai Gyula technikus, 25%,
Budapest

Tulajdonos:

Híradástechnikai
Ipai Kutató Intézet,
Budapest

Eljárás félvezető anyag polírozására alkalmas szilíciumdioxid alapú szuszpenzió előállítására

1

Találmányunk szilíciumdioxid alapú szuszpenzió előállítási eljárására vonatkozik, amely szuszpenzióval kémiai-mechanikai eljárással polírozzuk a félvezetőgyártásnál használatos szilícium egykristályszeletek felületét.

Ismeretes, hogy az egykristályos félvezető alapanyagok kemények és ridegek, megmunkálásuk csak koptató jellegű eljárásokkal lehetséges. Az egyes műveletek: vágás, csiszolás és polírozás. A kiindulási anyag egykristályos öntecs, ezekből pl. gyémántvágóélű fűrészlapokkal vágják az adott vastagságú és kristálytani orientációjú szeleteket. Csiszoláskor a vágott szeletekről a vágás folyamán keletkezett sérült felületi réteget eltávolítják, és létrehozzák a sík-párhuzamos felületet.

A csiszolási eljárás folyamán ismét keletkezik sérült réteg, ez azonban lényegesen kisebb vastagságú, mint amely a vágás hatására keletkezett. A polírozás műveletének feladata az, hogy a csiszolásnál keletkezett sérült réteget minimálisra levékonyítsa, gyakorlatilag eltávolítsa és olyan tükröfényes karcmentes felületet alakítson ki, amelyen a kiemelkedések $0,1 \mu\text{m}$ -nél kisebbek.

A mechanikai polírozáshoz legelterjedtebben a gyémántalapú és alumíniumoxid-alapú polírozó anyagok használatosak. A szubmikron szemcsézettségű gyémántporok, amelyeket általában pasztaszerű anyagba keverve hoznak for-

2

galomba, igen jó hatásfokúak. Alkalmazásukat azonban egyrészt a költségességük; másrészt az a tény korlátozza, hogy a látszólag aükörfényesre polírozott felület mindig tartalmaz mikroszkopikus méretű karcokat. Ezért, ha jó hatásfoka miatt alkalmazzák is a polírozáshoz, mindig beiktatnak befejező műveletként valamely más anyaggal való utópolírozást. Az alumínium-oxidalapú polírozó anyagok a mechanikai polírozás ismert és elterjedten használt anyagai. Jellemző azonban, hogy az így megmunkált félvezető felületen mindig található egy igen vékony sérült réteg, pl. szilícium esetében ez legfeljebb $0,2 \mu\text{m}$, de kisebb keménységű alapanyagok pl. permánium esetében annál vastagabb. A korund alapú polírozó anyagok hátrányos jellemző sajátysága továbbá az, hogy polírozás folyamán a polírozó anyagszemcsék begyazódnak a polírozott anyag felületi rétegébe és eltávolításuk a szokásos tisztítási technikákkal, az ultrahangos tisztítási műveletet is beleértve, nem lehetséges.

A fenti káros felületi hatások elkerülése más technológiai megoldások alkalmazását tették szükségessé, ilyen a félvezető egykristályoknál a kémiai-mechanikai polírozás. Ez egy olyan összetett eljárás, amelynek során a mechanikai polírozás mellett kémiai maratás is létrejön.

Átfogó ismertetést ad a megmunkálási tech-

felületi feszültségét az alkoholtartalom szabályozza, amely alkohol szénatomszámaival arányosan nagyobbodik a pórusok átmérője, ill. térfogata. A csapadék tömörségét a gélváz szilárdsága határozza meg, amit a pórusok mérete, a részecskék mérete, és az összekapcsolódás foka befolyásol.

A finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék előállítása rendkívül összetett folyamat, így a kedvező tulajdonságú termék kialakítását mind az elegykonzentrációk, mind a hidrolízis körülményei meghatározzák. A hidrolízis lefolytatásához a reakcióelegyben a víztartalmat 35–85 mól%, a gyenge szerves bázis előnyösen ammóniumhidroxid koncentrációját 2–30 mól% és a vízzel elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1–4 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keverékének koncentrációját 3–45 mól% közé állítjuk be. Az alkilortoszilikát mennyiségét a lefolytatandó reakció határozza meg. A reakciótermékként kapott finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék a vizes közegtől elkülönítve pl. Nutch-szűrőn, vizes mosással, légszáraz állapotban tetszőleges időn keresztül a felhasználásig tárolható. Felhasználáskor a leírt módon előállított finomszemcsés szilíciumdioxid csapadék tetszőleges mennyiségéből vizes szuszpenziót készítünk, amely bázisosságát a polírozó művelethez szükséges pH 10–12 értékét kvaterner ammóniumbázissal, amely az oldatban közel teljes mértékben disszociál szerves kationra OH^- anionra, állítjuk be. A bázisos oldatban a negatív töltésű szilíciumdioxid részecske a kation pozitív töltésű poláris részét vonzza, a hidrofob-hidrokarbon gyökök pedig egymással egyesülve adszorpciós monoreteget alkotnak. Az 1–6 szénatomszámnál nagyobb szénatomszámú kvaterner ammóniumbázisok szférikus gátló hatások miatt nem alkalmasak.

1. példa:

A finomszemcsés SiO_2 csapadékot tetraetilortoszilikát elhidrolizáltatásával állítjuk elő. A reakcióelegy összetétele: n-butilalkohol 12,1 mól%, NH_3 tartalom (25%-os ammóniumhidroxidot alkalmazva) 20,6 mól%, víztartalom 58,60 mól% az elhidrolizálandó tetraetilortoszilikát mennyisége a reakcióelegy összetételére számítva 8,7 mól%. A reakciókomponensek elegyítése után a hidrolízis azonnal megindul és állandó keverés mellett mintegy 15–20 perc múlva befejeződik. Az elegyből 24 óra állás után különítjük el a reakcióterméket Nutch-szűrőn való vizes mosással és levegő átszivattal. A port légszáraz állapotban tároljuk.

A kapott szilíciumdioxid por szemcsemérete $0,02 \pm 0,01 \mu\text{m}$. A polírozó szuszpenzió előállítására 15 súly%-os vizes szuszpenziót készítünk, amelyet pH = 11 értékre beállítunk tetrametilammóniumhidroxid 10%-os vizes oldatával.

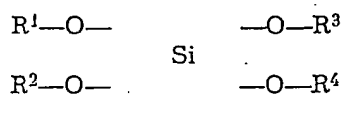
2. példa:

A finomszemcsés SiO_2 csapadékot tetrapentilortoszilikát elhidrolizáltatásával állítjuk elő. A reakcióelegy összetétele: etilalkohol 17,10 mól%, ammóniatartalom (25%-os ammóniumhidroxidot alkalmazva) 18,70 mól%; víztartalom 53,10 mól% az elhidralizálandó tetrapentilortoszilikát ($\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}_4\text{Si}$) mennyisége a reakcióelegy összetételére vonatkoztatva 11,10 mól%. A reakció kivitelezése az 1. példában leírtakkal azonos. A kapott szilíciumdioxid por szemcsemérete $0,04 \pm 0,01 \mu\text{m}$. A polírozó szuszpenzió előállításánál vagy az 1. példában foglaltak szerint járunk el vagy 20%-os vizes szuszpenziót készítünk, amelyet pH 9,5 vagy 11,5 értékre trimetil-benzil-ammóniumhidroxid 40%-os metilalkoholos oldatával állítunk be.

Találmányunk legfőbb előnye, hogy olcsó, viszonylagos egyszerű reakcióval, és általánosan használatos vegyületekkel tudunk $0,01$ – $0,05 \mu\text{m}$ szemcseméretű szilíciumdioxid csapadékot előállítani. A reakcióelegy összetételének helyes megválasztásával a finomszemcsés csapadék olyan morfológiájú, hogy az légszáraz állapotban szerkezeti változás nélkül tetszőleges ideig tárolható. A szilíciumdioxid szerkezete biztosítja a vizes oldatban a jó reszuszpendálhatóságot, az előállított szuszpenzió enyhén bázikus, és a részecskék töltése negatív. A polírozó szuszpenzió lúgosságának pH = 10–12 értékre kvaterner ammóniumbázissal történő beállítása előnyös, mivel kvaterner ammóniumbázis majdnem teljes mértékben OH^- anionra és szerves kationra disszociál, ez irányított adszorpciójánál fogva stabilizáló hatást fejt ki. Így a stabilizált szilíciumdioxid szuszpenzióban gélképződés nem történik, és az elsődlegesen kialakított finomszemcsés csapadék morfológiája változatlan marad. A polírozóanyag megőrzi az előállításnál biztosított kedvező szerkezeti tulajdonságokat, és így külön mechanikai előpolírozás nélkül alkalmas a félvezető szilícium egykristályok mechanikailag sérült felületi rétegeinek eltávolítására, karcmentes, tükröfényes felület létrehozására.

Szabadalmi igénypontok:

1. Eljárás félvezető anyag főleg szilícium polírozására alkalmas szilíciumdioxid alapú szuszpenzió előállítására azzal jellemezve, hogy víz, azzal elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1–6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keveréke, továbbá gyenge szerves bázis előnyösen ammóniumhidroxid által képzett oldatban (I) általános képletű alkil ortoszilikát vegyületet



Magyar cím:**Eljárás félvezető anyag polírozására alkalmas szilíciumdioxid alapú szuszpenzió előállítására****Bejelentő:**

Híradástechnikai Ipari Kutató Intézet, Budapest, HU

Feltaláló:

Farkas Miklós, Budapest, HU

Fikár Endréné, Budapest, HU

Rózsa Pálné, Budapest, HU

Zoltai Gyula, Budapest, HU

Kivonat:

Találmányunk szilíciumoxid alapú szuszpenzió olcsó előállítási eljárására vonatkozik, amely szuszpenzióval kémiai-mechanikai eljárással polírozzuk a félvezető gyártásnál használatos szilícium egykristály szeletek felületét.

Találmányunk szerinti eljárásnál víz, azzal elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1-6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keveréke, továbbá gyenge szervesetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid által képzett oldatban (I) általános képletű alkil ortoszilikát vegyületet

ahol

R 1, R 2, R 3 és R 4 egymástól függetlenül 1-5 szénatomszámú alkil csoportot jelent, hidrolizáltatunk, a reakcióterméket az oldatból 12-36 óra célszerűen 24 óra elteltével ismert módon például Nutch szűrőn vízes mosással és levegő átszívással elkülönítjük, majd a kapott finomeloszlású csapadékból fölhasználáskor pH 10-12 értékre beállított vízes szuszpenziót készítünk.

A hidrolízis lefolytatásához a reakcióelegyben a víztartalmat 35-85 mól%, a gyenge szervesetlen bázis előnyösen ammóniumhidroxid koncentrációját 2-30 mól% és a vízzel elegyedő szerves oldószer célszerűen alifás, főszénláncban 1-6 szénatomot tartalmazó normál vagy elágazó láncú alkohol vagy azok keverékének koncentrációját 3-45 mól% közé állítjuk be.

A vízes szuszpenzió pH 10-12 értékét erős lúggal vagy azok keverékével, célszerűen (II) általános képletű kvatermer ammóniumbázis

- ahol

R 1, R 2, R 3, R 4 egymástól függetlenül 1-6 szénatomszámú alkil vagy aralkil csoportot jelent - vízes vagy alkoholos oldatával állítjuk be.